

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-012241

(43)Date of publication of application : 16.01.1998

(51)Int.Cl.

H01M 4/58  
H01M 10/40

(21)Application number : 08-181177

(71)Applicant : MITSUI MINING CO LTD

(22)Date of filing : 21.06.1996

(72)Inventor : FUKUDA KENJI  
UMENO TATSUO  
HARA YOICHIRO  
SAKATA KOJI  
HONDA MAMORU

## (54) NEGATIVE ELECTRODE MATERIAL FOR LITHIUM ION SECONDARY BATTERY

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a negative electrode material for a lithium ion secondary battery providing high initial discharge efficiency, having a large discharge capacity and displaying a fuel gage effect, by coating a surface of a graphite particle, having a specific grain size, with carbon by a chemical evaporation treatment method, and making it into compound material.

SOLUTION: This negative electrode material is a graphite/carbon compound material comprising a nucleus of graphite particle of 50 $\mu$ m or less average grain size and a carbon layer coating a surface of this graphite particle by a chemical evaporation treatment method. A specific surface area of this compound material is 1m<sup>2</sup>/g or less, and a balance adsorptive water amount is 0.3wt.% or less. Aspect ratio of the graphite particle is preferable 5 to 300. The graphite particle is preferable a crushed object of natural graphite or expanded graphite.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-12241

(43)公開日 平成10年(1998)1月16日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

H 0 1 M 4/58  
10/40

識別記号

庁内整理番号

F I

H 0 1 M 4/58  
10/40

技術表示箇所

Z

審査請求 未請求 請求項の数4 F D (全 6 頁)

(21)出願番号

特願平8-181177

(22)出願日

平成8年(1996)6月21日

(71)出願人 000174965

三井鉱山株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号

(72)発明者 福田 憲二

福岡県北九州市若松区響町1丁目3番地

三井鉱山株式会社総合研究所内

(72)発明者 梅野 達夫

福岡県北九州市若松区響町1丁目3番地

三井鉱山株式会社総合研究所内

(72)発明者 原 陽一郎

福岡県北九州市若松区響町1丁目3番地

三井鉱山株式会社総合研究所内

(74)代理人 弁理士 高畑 靖世

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 リチウムイオン二次電池用負極材料

(57)【要約】

【課題】 初期放電効率が高く、かつヒューエルゲージ効果を示すリチウムイオン二次電池用負極材料を提供する。

【解決手段】 平均粒子径が50  $\mu$ m以下の黒鉛粒子の核の表面を化学蒸着処理することにより炭素材料で覆って黒鉛-炭素複合材としたものであって、その最大粒子径が200  $\mu$ m以下、比表面積が1 m<sup>2</sup>/g以下、且つ平衡吸着水分量が0.3 wt %以下のもので負極材料を構成する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒子径50 $\mu$ m以下の黒鉛粒子の核と、化学蒸着処理法により該黒鉛粒子の表面を被覆した炭素層とよりなる黒鉛-炭素複合材であり、該黒鉛-炭素複合材の比表面積が1m<sup>2</sup>/g以下であり、且つ平衡吸着水分量が0.3wt%以下であることを特徴とするリチウムイオン二次電池用負極材料。

【請求項2】 黒鉛粒子のアスペクト比が5以上である請求項1に記載の負極材料。

【請求項3】 黒鉛粒子が天然黒鉛の粉砕物である請求項1又は2に記載の負極材料。

【請求項4】 黒鉛粒子が膨張黒鉛の粉砕物である請求項1又は2に記載の負極材料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は大容量かつ高電位で充放電サイクル特性に優れたリチウムイオン二次電池用負極材料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】電子機器の小型軽量化に伴い、電池の高エネルギー密度化が要求され、また省資源の面からも繰り返し充放電可能な二次電池の開発が急務になっている。この要求に答えるものとして、高エネルギー密度、軽量小型かつ充放電サイクル特性に優れたリチウムイオン二次電池が提案されている。リチウムイオン二次電池はリチウム金属二次電池の有する急速充電性に劣る問題、サイクル寿命が短い問題、デンドライトの生成に起因する安全性欠如の問題等の諸問題を解決するために開発されたものである。

【0003】従来、リチウム金属二次電池においては負極に金属リチウムが用いられていたが、リチウムイオン二次電池においては炭素材料を負極に用いることで上記の問題の解決が図られている。

【0004】即ち、リチウム化合物を正極とし、炭素材料や黒鉛材料を負極として充電を行うと、負極ではリチウムイオンが炭素材料や黒鉛材料にドーピングされ、いわゆる炭素-リチウム層間化合物、或は黒鉛-リチウム層間化合物が形成される。

【0005】一方、放電時には、層間よりリチウムイオンが脱ドーピングし、リチウムイオンは再び正極のリチウム化合物と結合する。上記サイクルを繰り返すことにより、充放電可能な電池が形成される。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】リチウムイオン二次電池の負極材料として黒鉛を用いる場合、充電時には炭素原子6個に対しリチウム原子1個の割合でドーピングされた黒鉛-リチウムイオン層間化合物が形成される。このとき炭素重量あたりの理論放電電気容量は372mA $\cdot$ h/gである。しかしながら市販されているリチウムイオン二次電池に用いられている黒鉛負極材料の電気容

量は250~300mA $\cdot$ h/gであり、理論放電量の約70~80%しか活用されていない。また、この放電量は初期充電量の60~70%である。このため、初期放電効率のより高い負極材料の開発が切望されている。

【0007】更には黒鉛系の負極材料は電位が平坦であるため、大きなエネルギーが取り出せるものの、ある電位になると急速に電圧が低下することから、残存容量を予測し難い。この問題を避けるため、炭素系負極材料のような残存放電容量の指数となるヒューエルゲージ効果を持つ黒鉛系負極材料の開発が切望されている。そこで本発明においては負極として用いる黒鉛材料を改良し、初期放電効率を高めることにより、大きな放電容量を有し、かつヒューエルゲージ効果を示す、リチウムイオン二次電池用負極材料を提供することを目的とするものである。

【0008】即ち、本発明者らはリチウムイオン二次電池の不可逆容量の発現する原因について研究した結果、不可逆容量の発現する原因は主に負極を構成する炭素材料の表面における溶剤の電気分解に起因することを見出した。溶剤の電気分解は負極を構成する炭素材料を触媒として起きると考えられ、負極材料を溶剤の電気分解に対して不活性な構造とすることにより、不可逆容量の発現を抑制出来ると考えた。そのためには負極炭素材料の比表面積を出来るだけ小さくすることが望ましい。

【0009】一般に、比表面積は粒子径が大きくなると低下し、不可逆容量も低下するが、粒子径が大きくなると充電容量が低下し、リチウムイオン二次電池の放電容量は小さなものとなる。充電容量を大きくし、かつ同時に充放電密度を大きくするためには炭素材料の粒子径は小さいほど好ましい。この矛盾する要求を本発明者らは黒鉛微粒子を複合化して負極炭素材料とすることにより解決したものである。

【0010】即ち、充電容量の大きな黒鉛粒子を核とし、該黒鉛粒子の表面を化学蒸着処理することにより、その表面に比表面積の小さな熱分解炭素を被覆させて得られる黒鉛-炭素複合材は、大きな充電量と高い初期放電効率を持つため、大きな可逆的放電容量を持ち得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

## 【0011】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成する本発明は、平均粒子径50 $\mu$ m以下の黒鉛粒子の核と、化学蒸着処理法により該黒鉛粒子の表面を被覆した炭素層とよりなる黒鉛-炭素複合材であり、該黒鉛-炭素複合材の比表面積が1m<sup>2</sup>/g以下であり、且つ平衡吸着水分量が0.3wt%以下であることを特徴とするリチウムイオン二次電池用負極材料であり、黒鉛粒子の平均粒子径と平均厚さとの割合が5以上であること、黒鉛粒子が天然黒鉛の粉砕物であること、黒鉛粒子が膨張黒鉛の粉砕物であることを含む。

## 【0012】

【発明の実施の形態】本発明のリチウムイオン二次電池の負極材料に用いられる炭素材料は、黒鉛粒子からなる核とそれらと結合する炭素材からなる黒鉛-炭素複合材である。

【0013】黒鉛粒子は天然黒鉛あるいは人造黒鉛をジェットミル、ターボミル、マイクロミル、超音波等で乾式若しくは湿式法により粉碎した物が好ましい。粉碎方法は限定されないが、粉碎された黒鉛が立方体や球に近い形状のものよりもアスペクト比が大きい板状あるいは薄片状のものが好ましい。このためには、粉碎時に黒鉛にシエアがかかる粉碎方法が好ましい。好ましい黒鉛粒子のアスペクト比は5~300である。アスペクト比が5未満の場合は充電容量が小さくなる。またアスペクト比が300を超える場合は、負極材料として求められる電気的性能には問題がないが、電極調製時の溶媒吸収量が大いこと、嵩密度が小さいため電極の高密度化が困難となる等の不都合がある。

【0014】上記の方法等で粉碎された黒鉛粒子の好ましい平均径は50 $\mu$ m以下で、より好ましくは1~25 $\mu$ mである。黒鉛粒子の平均径が50 $\mu$ mを超えると充電容量が小さくなり、また黒鉛粒子径が1 $\mu$ m未満の場合、初期放電効率を高めることが困難で、更に化学蒸着処理時間が長くなるという不都合があり、好ましくない。

【0015】熱分解炭素による黒鉛粒子の表面被覆方法としては、黒鉛粒子を加熱しながらそこに有機物の蒸気を導入し、黒鉛表面で有機物蒸気を炭化沈積させる、いわゆる化学蒸着処理法を用いることができる。

【0016】黒鉛-炭素複合材の粒子径は、最大200 $\mu$ m以下とすることが好ましい。200 $\mu$ mを超える粒子径の黒鉛-炭素複合材の内部にもリチウムイオンは粒子間隙を浸透した溶媒を介して浸透拡散することができる。しかし、粒子径が200 $\mu$ mを超えると電極の高密度化、均質化、薄層化が困難になり好ましくない。従って、より好ましい黒鉛-炭素複合材の最大粒子径は100 $\mu$ m以下である。

【0017】化学蒸着処理により、黒鉛表面に0.1~2 $\mu$ mの炭素層が形成されて黒鉛粒子径は増加するが、同時に炭素層を結合材として黒鉛粒子間で一部二次粒子化が起き、粒子径が20 $\mu$ mの黒鉛粒子を用いても黒鉛-炭素複合材の最大粒子径は200 $\mu$ mになることもある。

【0018】黒鉛-炭素複合材の比表面積は1 $m^2/g$ 以下が好ましく、特に好ましくは0.5 $m^2/g$ 以下である。比表面積が1 $m^2/g$ を超える場合、初期放電効率が低いものとなる。

【0019】化学蒸着処理温度は700~1300 $^{\circ}C$ とすることが好ましい。

【0020】処理温度が700 $^{\circ}C$ 未満であると炭素自体の電気抵抗が大きくなり、また初期放電効率が低く、黒

鉛-炭素複合材の初期放電効率も低くなり、好ましくない。また、黒鉛-炭素複合材の初期放電効率は化学蒸着処理温度が高くなるに伴い大きくなるが、同時に炭素の充電容量、放電容量ともに低下するので好ましくない。最も好ましい処理温度は900~1000 $^{\circ}C$ である。

【0021】化学蒸着処理の熱分解炭素源として用いられる有機物は、ベンゼン、トルエン、キシレン、スチレン、エチルベンゼン、ジフェニルメタン、ジフェニル、ナフタレン、フェノール、クレゾール、ニトロベンゼン、クロロベンゼン、インデン、クマロン、ピリジン、アントラセン、フェナントレン等、もしくはこれらの混合物、更にはタール蒸留工程で得られるガス軽油、クレオソート油、アントラセン油、ナフサ分解タール油、更にはアセチレン、エチレン、プロピレン、イソプロピレン、ブタジエン等を用いることができる。

【0022】これらの方法で得られた黒鉛-炭素複合材は比表面積が小さいことに由来して平衡吸着水分量が小さく、その値は0.3wt%以下である。平衡吸着水分量が0.3wt%を超える場合は、初期放電効率の改善に顕著な効果はない。平衡吸着水分量が0.3%以下では、初期放電効率は急速に増大し、特に平衡吸着水分量が0.2wt%では初期放電効率は90%以上となる。

【0023】また、付加的な効果として黒鉛-炭素複合材は黒鉛と炭素双方の充放電パターンを複合する結果、従来の黒鉛系負極材には無かった炭素特有のヒューエルゲージ効果を賦与し、黒鉛材料としては新たな特性を持つことができる。

【0024】本発明においては、このようにして製造した黒鉛-炭素複合材をリチウムイオン二次電池用負極材料として用いるものである。

【0025】上記黒鉛-炭素複合材を用いてリチウムイオン二次電池の負極を調製する方法は特に限定されないが、例えば上記複合材にバインダーと溶剤とを加えて十分に混練後、金属メッシュ等の集電体に圧着して負極とすることができる。バインダーとしては、例えば各種のビッチ、ポリテトラフルオロエチレン等の公知の材料を用いることができる。なかでも、ポリビニリデンフルオリド(PVDF)、エチレンプロピレンジエンポリマー(EPDF)が好ましい。

【0026】正極材料は特に限定されないが、 $LiCoO_2$ 、 $LiNiO_2$ 、 $LiMn_2O_4$ 等のリチウム含有酸化物等が好ましい。粉末状の正極材料は、バインダー以外に、必要に応じて導電材、溶剤等を加えて十分に混練後、集電材と成型して製造できる。

【0027】セパレーターについても特に制限はなく、公知の材料を適宜利用できる。

【0028】電解溶媒として用いる非水溶媒としては、リチウム塩を溶解する公知の非プロトン性低誘電率の溶媒が好ましい。例えば、エチレンカーボネイト、プロピレンカーボネイト、ジエチレンカーボネイト、アセトニ

トリル、プロピオニトリル、テトラヒドロフラン、 $\gamma$ -ブチロラクトン、2-メチルテトラヒドロフラン、1,3-ジオキソラン、4-メチル-1,3-ジオキソラン、1,2-ジメトキシエタン、1,2-ジエトキシエタン、ジエチルエーテル、スルホラン、メチルスルホラン、ニトロメタン、N,N-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等の溶媒を単独で、又は2種以上の溶媒を混合して用いることができる。

【0029】電解質として用いられるリチウム塩は、 $\text{LiClO}_4$ 、 $\text{LiAsF}_6$ 、 $\text{LiPF}_6$ 、 $\text{LiBF}_4$ 、 $\text{LiB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$ 、 $\text{LiCl}$ 、 $\text{LiBr}$ 、 $\text{CH}_3\text{SO}_3\text{Li}$ 、 $\text{CF}_3\text{SO}_3\text{Li}$ 等が好ましく、これらの塩を単独、又は混合して使用してもよい。

【0030】なお、各物性値は以下の方法によって測定した。

【0031】高密度：解砕して乾燥した試料を50mlのガラス製メスシリンダーに入れ、軽くタッピングして試料の容積がほとんど変化しなくなったときの試料容量を測定し、試料重量を試料容量で除した値を高密度とした。

【0032】真比重：ブタノール置換法により測定した。

【0033】結晶格子定数 $C(002)$ 、結晶子の大きさ $L_c(002)$ ：東芝(株)製X線回折装置XC-40Hを用い、 $\text{Cu-K}\alpha$ 線をNiで単色化し、高純度シリコンを標準物質として学振法で結晶格子定数 $C(002)$ 、及び結晶子の大きさ $L_c(002)$ を測定した。

【0034】厚み：日本電子(株)製JSM-5300走査型電子顕微鏡で試料を観察し、その厚みと最大粒子長を測定した。

【0035】平均粒子長、及び最大粒子長：日本電子(株)製JSM-5300走査型電子顕微鏡で観察した画像をニコレ(株)製画像解析装置ルーゼックス111Uで解析して求めた。

【0036】比表面積：島津製作所(株)製ガス吸着試験装置ソーブトグラフADS-1Bを用い、アセトンドライアイス温度での炭酸ガスの吸着量からBET法によって求めた。

【0037】平衡吸着水分量：タバイエスベック(株)製小型環境試験機を用い、温度20℃、湿度95%の条件下、試料が水分を吸着して、その重量が平衡に達した時の値より求めた。

【0038】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明する。

【0039】(実施例1)増幸産業(株)製MKZA-10-15型マイクログラインダーを用い、以下の条件で中国産鱗片状天然黒鉛を湿式で磨砕し、黒鉛粒子を得た。

【0040】グラインダー：MKGS80

グラインダー間クリアランス：20 $\mu\text{m}$

グラインダー回転数1200rpm

得られた黒鉛粒子の性状は、嵩密度が0.148g/cm<sup>3</sup>、真比重が2.15、結晶格子定数 $C(002)$ が0.671nm、結晶子の大きさ $L_c(002)$ が100nm以上、厚み平均が1.0 $\mu\text{m}$ 、平均粒子長が18.4 $\mu\text{m}$ 、平均アスペクト比が18.4、最大粒子径が65 $\mu\text{m}$ 、平衡吸着水分量が0.56wt%、表面積が2.3m<sup>2</sup>/gであった。

10 【0041】この黒鉛粒子を950℃に加熱しながらベンゼン蒸気を導入することにより、CVD処理を150分間行い、黒鉛-炭素複合材を得た。黒鉛-炭素複合材中の炭素材含有量は33.3wt%であった。この複合材の平均粒子径は27.9 $\mu\text{m}$ 、平衡吸着水分量は0.05wt%、比表面積は0.8m<sup>2</sup>/gであった。

20 【0042】このようにして調製した複合材のリチウムイオン二次電池用負極材料としての性能を検討するために、黒鉛-炭素複合材を正極、金属リチウムを負極とする非水溶媒電池を作成して充放電試験を行い、黒鉛-炭素複合材からなる正極へのリチウムイオンのドーピング(インタカレーション)と、脱ドーピング(ディスインタカレーション)容量を測定した。

【0043】黒鉛-炭素複合材で構成した正極は以下の方法で調製した。黒鉛-炭素複合材40重量部にバインダーとしてエチレンプロピレンジモノマー1重量部と少量のジメチルホルムアミドを加えてよく混合することによりペースト状にし、円形のステンレスメッシュ(2.5cm<sup>2</sup>)に1ton/cm<sup>2</sup>で加圧成型した。次いで200℃で2時間真空乾燥して正極とした。

30 【0044】負極には金属リチウムを用いた。

【0045】電解溶媒はエチレンカーボネイトとジメチルカーボネイトとの混合溶媒(体積比1:2)で、電解質には $\text{LiPF}_6$ を用い、濃度は1.0mol/lに調製した。

【0046】セパレーターに多孔質ポリプロピレン不織布を用い、グラスファイバー濾紙に電解液を含浸させ、アルゴン雰囲気下でコイン型セルを作成し、充電、放電時の電流密度を0.4mA/cm<sup>2</sup>とし、充放電試験を行った。

40 【0047】初期充電量は390mA $\cdot$ h/gであった。放電は1.5Vでカットしてサイクル試験をおこなったが、1サイクル目の放電量は366mA $\cdot$ h/gであり、初期放電効率(放電量/充電量 $\times$ 100%)は93.8%であった。3サイクル目から放電量は355mA $\cdot$ h/gで安定した。60サイクルの試験を行ったが、60サイクル目までは放電量の低下は認められなかった。

50 【0048】1サイクル目の充放電曲線を図1に示す。図1から、0.2V以上の領域で放電曲線の勾配が緩やかになり、ヒューエルゲージ効果が認められる。

【0049】（実施例2）中国産鱗片状天然黒鉛を濃硫酸9部、濃硝酸1部（容量基準）の混酸に2時間浸漬した後、酸を濾別し、さらに洗液がpH6になるまで洗浄した。上記酸処理黒鉛を乾燥後、800℃で加熱膨張処理を行い、膨張黒鉛を得た。この膨張黒鉛を水を媒体として、23MHzの超音波で処理し、薄片状の黒鉛粒子を得た。得られた黒鉛粒子の性状は、嵩密度が0.15 g/cm<sup>3</sup>、真比重が2.20、結晶格子定数C<sub>0</sub>(002)が0.671 nm、結晶子の大きさL<sub>c</sub>(002)が68 nm以上、厚み平均が0.14 μm、平均粒子径が23.1 μm、平均アスペクト比が165、最大粒子径が45 μm、平衡吸着水分量が0.45 wt%、表面積が7.9 m<sup>2</sup>/gであった。

【0050】この黒鉛粒子を900℃で加熱し、プロピレンを流しながら120分間化学蒸着処理を行い、黒鉛-炭素複合材を得た。黒鉛-炭素複合材中の炭素材含有量は10.2 wt%であった。この黒鉛-炭素複合材の平均粒子径は29.6 μm、平衡吸着水分量は0.18 wt%、比表面積は0.4 m<sup>2</sup>/gであった。

【0051】初期充電量は381 mA・h/gであった。放電は1.5 Vでカットしてサイクル試験をおこなったが、1サイクル目の放電量は345 mA・h/gであり、初期放電効率（放電量/充電量×100%）は90.6%であった。3サイクル目から放電量は342 mA・h/gで安定した。60サイクルの試験を行ったが、60サイクル目までの放電量の低下は認められなかった。

【0052】（比較例1）実施例1と同様にして中国産天然黒鉛をマイクログラインダーで磨砕して得られた黒鉛粒子を用い、これをCVD処理することなく、そのまま実施例1と同様の方法で加圧成型し、正極を調製した。さらに、実施例1と同様の方法でコイン型セルを作成し、実施例1と同様の方法で充放電試験を行った。

【0053】初期充電量は433 mA・h/gであった。放電は1.5 Vでカットしてサイクル試験をおこなったが、1サイクル目の放電量は278 mA・h/gであり、初期放電効率（放電量/充電量×100%）は6

3.0%であった。3サイクル目から放電量は262 mA・h/gでほぼ一定になった。

【0054】（比較例2）実施例2とで用いた薄片状の黒鉛粒子を用い、これをCVD処理することなく、そのまま実施例1と同様の方法で加圧成型し、正極を調製した。さらに、実施例1と同様の方法でコイン型セルを作成し、実施例1と同様の方法で充放電試験を行った。

【0055】初期充電量は425 mA・h/gであった。放電は1.5 Vでカットしてサイクル試験を行ったが、1サイクル目の放電量は264 mA・h/gであり、初期放電効率（放電量/充電量×100%）は56.4%であった。3サイクル目から放電量は240 mA・h/gでほぼ一定になった。

【0056】

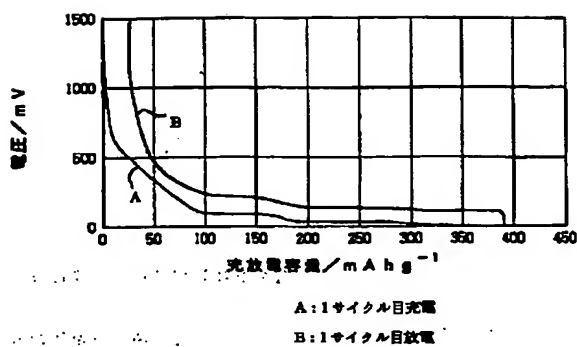
【発明の効果】リチウムイオン二次電池の負極材料として用いられる炭素材料がC<sub>6</sub>L<sub>i</sub>なる理論値通りの黒鉛-リチウム層間化合物を形成するためには、黒鉛の結晶性は極めて高いことが望まれる。且つ、迅速な充電が行われるためには、炭素材料は微粒子であり、しかも外表面積ができる限り大きいことが望まれる。しかし、微粒子であって、しかも外表面積が大きい黒鉛粒子を負極材料として用いた場合、初期放電効率は低いものであった。これに対し、本発明の負極材料は黒鉛粒子を核とし、これに炭素材を結合させて黒鉛-炭素複合材化するもので、この構成により黒鉛粒子の有する迅速な充放電特性と、高い初期放電効率を合わせ持つことができるものである。この負極材料は、黒鉛-リチウム層間化合物の理論放電容量にほぼ等しい放電容量を具備した、高性能のものである。

【0057】さらに、本負極材料は、ヒューエルゲージ効果を有し、これは残存放電容量を示す指標となる好ましい性質のものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の負極材料を正極に、リチウムを負極に用いた負極材料評価用ハーフセルの充放電試験における1サイクル目の充放電曲線を示すグラフである。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 坂田 康二  
東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号  
三井鉱山株式会社内

(72)発明者 本田 守  
福岡県大牟田市合成町1番地 三井鉱山化  
成株式会社内